

ABSTRACT OF THE DISCLOSURE

There is provided a method for producing an electroconductive powder. In accordance with the present invention, the electroconductive powder contains 0.1~20 Wt % antimony, and the rest of it consists of oxide tin by adding solutions that is obtained
5 by dissolving 78~783g/l sodium tin and 0.085~212 g/l in a mixture of alcohol, sodium solution, and acetone in heating water.

⑨ 日本国特許庁 (JP)
⑩ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開
昭56—156606

⑫ Int. Cl.³
H 01 B 1/20

識別記号

庁内整理番号
6730—5E

⑬ 公開 昭和56年(1981)12月3日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ 導電性微粉末の製造法

⑮ 特 願 昭55—59618
⑯ 出 願 昭55(1980)5月6日
⑰ 発 明 者 吉住素彦
WY 201 221/2

浦和市大東3丁目16番9号

⑱ 出 願 人 三菱金属株式会社
東京都千代田区大手町1丁目5
番2号

⑲ 代 理 人 弁理士 富田和夫 부타와

明 細 書

1. 発明の名称

導電性微粉末の製造法

2. 特許請求の範囲

加熱水中に、アルコール、塩酸水溶液、およびアセトンのうちの1種または2種以上の混合液に78～783g/Lの塩化錫と0.085～212g/Lの塩化アンチモンとを溶解したものからなる溶液を加えることによつて、アンチモン：0.1～20重量%を含有し、残りが実質的に酸化錫からなる組成を有し、かつ0.2 μm 以下の平均粒径を有する微粉末を析出生成せしめることを特徴とする導電性微粉末の製造法。

3. 発明の詳細な説明

この発明は、白色の色調を有すると共に、良好な導電性を有し、特にプラスチックやシリコンゴ

ムなど（以下これらを総称してプラスチックと略記する）に混入して、これらに導電性を付与する目的で使用するのに適した導電性微粉末の製造法に関するものである。

従来から、金属粉末やカーボン粉末などの導電性粉末をプラスチックに混入することによつて、これに導電性を付与することが行なわれているが、このようにプラスチックに金属粉末やカーボン粉末を混入すると、プラスチック自体のもつ色調が損なわれて灰色または黒色がかつた色調をもつようになるため、プラスチックの色調はかなり制限されたものになり、さらにプラスチックが本来具備する透明性も損なわれるようになることから、その用途は限られたものにならざるを得ないものであつた。

したがつて、例えば、近年、表示用電極、保護膜、静電防止用フィルム、さらに透明発熱体などとして多く用いられるようになってきた導電性と透明性が要求されるプラスチック塗膜や同シート、さらに同板には、透明なプラスチックの表面に極

く薄く金属または酸化インジウムなどの導電層を被覆したものが使用されている。

本発明者等は、上述のような透明なプラスチックの表面に導電層を形成することによつて透明性と導電性とを具備させるという観点とは異つた観点に立ち、プラスチック中に混入することによつて、プラスチックのもつ透明性を損なうことなく、これに良好な導電性を付与することのできる導電性微粉末を製造すべく研究を行なつた結果、

(a) 粉末を混入させてもプラスチックのもつ透明性や色調が損なわれないようにするためには、混入する粉末が光を吸収しない、すなわち白色を呈すると共に、プラスチックのもつ光屈折率：1.6～1.7に近い光屈折率をもつものであるか、あるいは $0.2\mu\text{m}$ 以下、すなわち可視光の波長より小さい平均粒径をもつことが必要であること。

(b) 酸化錫（以下 SnO_2 で示す）粉末は、白色を呈し、かつ導電性を有するが、これにアンチモン（Sb）を含有させると、さらに一段と導電性が向上するようになること。

- 3 -

μm 以下の平均粒径をもつたSb含有の SnO_2 微粉末が析出生成するようになること。

(f) 上記(e)項で得られたSb含有の SnO_2 微粉末を、プラスチック中に混入しても、これが光の散乱源とはならないので、プラスチックのもつ色調が損なわれることはなく、また前記プラスチックが数 $10\mu\text{m}$ 以下の厚さを有するプラスチックフィルムである場合には、その透明性も損なわれることなく、しかも前記プラスチックは良好な導電性をもつようになること。

以上(a)～(f)に示される知見を得たのである。

この発明は、上記知見にもとづいてなされたものであつて、加熱水中に、アルコール、塩酸水溶液、およびアセトンのうちの1種または2種以上の混合液に $78\sim 78.3\text{g/l}$ の SnCl_4 と $0.085\sim 2.12\text{g/l}$ の SbCl_3 とを溶解したものからなる溶液を注入することによつて、Sb：0.1～20重量%を含有し、残りが実質的に SnO_2 からなる組成を有すると共に、 $0.2\mu\text{m}$ 以下の平均粒径を有し、特にプラスチックに導電性を付与する目的で

- 5 -

(c) Sbを含有した SnO_2 粉末は2.0～2.1の光屈折率を有しており、したがつて、これをプラスチックに、その色調や透明性を損なうことなく、導電性を付与する目的で混入するに際しては、その平均粒径を $0.2\mu\text{m}$ 以下に微細化する必要があること。

(d) 従来、Sb含有の SnO_2 粉末の製造法としては、 SnO_2 粉末とSb化合物とを焼成する方法や、Sn化合物とSb化合物とを混合した後、焼成する方法などが知られているが、これらの公知の製造法によつて製造されたSb含有の SnO_2 粉末は、いずれも $0.2\mu\text{m}$ を越えた平均粒径をもつたものになつており、したがつて、これらの公知の方法では $0.2\mu\text{m}$ 以下の平均粒径をもつたSb含有の SnO_2 微粉末を製造することはできないこと。

(e) しかし、加熱水中に、アルコール、塩酸水溶液、およびアセトンのうちの1種または2種以上の混合液に塩化錫（以下 SnCl_4 で示す）と塩化アンチモン（以下 SbCl_3 で示す）とを溶解したものからなる溶液を加えると、前記加熱水中には 0.2

- 4 -

混入した場合に、その色調を損なわず、しかも前記プラスチックが数 $10\mu\text{m}$ 以下の厚さを有するプラスチックフィルムであれば、その透明性も損なうものではない微粉末を析出生成せしめることに特徴を有するものである。

つきに、この発明の導電性微粉末の製造法において、上記の通りに数値限定した理由を説明する。

(a) 溶液中の SnCl_4 含有量

その含有量が 78g/l 未満では、実質的に SnCl_4 の含有量が少なすぎて、加水分解による SnO_2 微粉末の析出速度が遅くなり、長時間の処理時間を必要とするようになつて経済的でなく、一方 78.3g/l を超えて含有させると、析出するSb含有 SnO_2 微粉末の粒径が $0.2\mu\text{m}$ を超えて大きくなることから、その含有量を $78\sim 78.3\text{g/l}$ と定めた。

(b) 溶液中の SbCl_3 含有量

SnCl_4 との相対関係において、その含有量が 0.085g/l 未満では、析出生成するSb含有 SnO_2 微粉末中のSb含有量が0.1重量%未満となつてし

- 6 -

まい、一方212g/lを超えて含有させると、逆に前記Sb含有SnO₂微粉末中のSb含有量が20重量%を超えて高くなることから、その含有量を0.085~212g/lと定めた。

(c) Sb含有SnO₂微粉末におけるSb含有量

その含有量が0.1重量%未満では、所望の良好な導電性を確保することができず、一方20重量%を超えて含有させると、粉末の白色が失なわれて青味を帯びるようになつて、プラスチックに混入した際に、その色調や透明性が損なわれるようになることから、その含有量を0.1~20重量%と定めた。

(d) Sb含有SnO₂微粉末の平均粒径

0.2μmを超えた平均粒径にすると、可視光を散乱させ、プラスチック中への混入に際して、プラスチックのもつ色調や透明性を損なうようになることから、その平均粒径を0.2μm以下と定めた。

つぎに、この発明の方法を実施例により具体的に説明する。

実施例 1

水：3000ccを温度：90℃に加熱保持し、これに激しい攪拌を加えながら、メタノール：300ccにSnCl₄：86.4gとSbCl₃：10.4gとを溶解したものからなる溶液を、2時間かけてゆつくりと注入して、Sb含有SnO₂粉末を析出生成せしめ、ついで前記Sb含有SnO₂粉末を分別し、洗浄し、引続いて結晶性を向上させる目的で空気中、温度：500℃に2時間保持の加熱処理を施すことによつて本発明微粉末を製造した。

この結果得られた本発明微粉末は、Sb：10重量%を含有し、残りが実質的にSnO₂からなる組成、並びに0.06μmの平均粒径を有し、かつ1Ω・cmの比抵抗を示す導電性の良好なものであつた。また前記本発明微粉末を、50μmの厚さを有する塩化ビニールフィルムに20重量%混入したところ、この塩化ビニールフィルムは、 $2 \times 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ の体積抵抗を示し、しかも塩化ビニールのもつ透明性が保持されたものであつた。

実施例 2

発明微粉末を製造した。

この結果得られた本発明微粉末は、Sb：10重量%を含有し、残りが実質的にSnO₂からなる組成、および0.04μmの平均粒径を有し、かつ比抵抗：1Ω・cmを有する導電性の良好なものであつた。またこの本発明微粉末を4重量%混入した厚さ200μmのポリエチレンシートは、体積抵抗： $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ を示し、かつ透明度のすぐれたものであつた。

なお、上記実施例1では、アルコールとしてメタノールを使用した場合について述べたが、その他のアルコール、例えばエタノールやブチルアルコール、さらにイソプロピルアルコールなどを使用しても同様な結果が得られ、また、アルコール、塩酸水溶液、およびアセトンのうちの2種以上からなる混合液を使用しても同様な結果が得られることは勿論である。

上述のように、この発明の方法によれば、白色にして導電性の良好な微粉末を簡単な操作で、コスト安く製造することができ、しかもこの結果得

加熱水の量を5000ccとし、この加熱水中に注入される溶液を、6N塩酸水溶液：300ccにSnCl₄：86.5gとSbCl₃：4.93gとを溶解したものとし、かつ前記加熱水中への前記溶液の注入時間を4時間とする以外は、上記実施例1におけると同一の条件で本発明微粉末を製造した。

この結果得られた本発明微粉末は、Sb：5重量%を含有し、残りが実質的にSnO₂からなる組成、並びに0.06μmの平均粒径を有し、また比抵抗：9Ω・cmを有する導電性の良好なものであつた。さらに上記本発明微粉末を厚さ：1mmを有するポリエチレンシートに30重量%混入したところ、この結果のポリエチレンシートは、体積抵抗： $10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ を示し、かつ白色を呈するものであつた。

実施例 3

加熱水の量を10Lとし、かつこの加熱水中に注入される溶液を、アセトン：300ccに86.5gのSnCl₄と10.4gのSbCl₃を溶解したものとする以外は、実施例1におけると同一の条件で本

られた導電性微粉末は、プラスチックに混入しても、その色調を損なうことなく、特に前記プラスチックが厚さ数10μm以下のフィルムである場合には透明性をも損なうことなく、これに良好な導電性を付与することができるなど工業上有用な効果をもたらされるのである。

出願人 三菱金属株式会社

代理人 富田和夫

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.